

(19) 【発行国】 日本国特許庁 ( J P )

(19) [Publication Office] Japanese Patent Office (JP)

(12) 【公報種別】 公開特許公報 ( A )

(12) [Kind of Document] Japan Unexamined Patent Publication (A)

(11) 【公開番号】 特開平 9 - 1 3 6 8 1 3

(11) [Publication Number of Unexamined Application (A) ] Japan Unexamined Patent Publication Hei 9 -136813

(43) 【公開日】 平成 9 年 ( 1 9 9 7 ) 5 月 2 7 日

(43) [Publication Date of Unexamined Application] 1997 (1997) May 27 day

(54) 【発明の名称】 ペースト状オイル組成物及びそれを含有する化粧料

(54) [Title of Invention] PASTE OIL COMPOSITION AND COSMETIC WHICH CONTAINS THAT.

(51) 【国際特許分類第 6 版】

(51) [International Patent Classification 6th Edition]

A61K 7/00

A61K 7/00

7/02

7/02

// C08L 83/12 LRR

// C08L 83/12 LRR

【 F I 】

[FI]

A61K 7/00 J

A61K 7/00 J

C

C

7/02 Z

7/02 Z

C08L 83/12 LRR

C08L 83/12 LRR

【審査請求】 未請求

[Request for Examination] Examination not requested

【請求項の数】 4

[Number of Claims] 4

【出願形態】 O L

[Form of Application] OL

【全頁数】 1 1

[Number of Pages in Document] 11

(21) 【出願番号】 特願平 7 - 2 9 6 5 1 4

(21) [Application Number] Japan Patent Application Hei 7 -29 6514

(22) 【出願日】 平成 7 年 ( 1 9 9 5 ) 1 1 月 1 5 日

(22) [Application Date] 1995 (1995) November 15 day

(71) 【出願人】

(71) [Applicant]

【識別番号】 0 0 0 1 4 5 8 6 2

[Applicant Code] 000145862

【氏名又は名称】 株式会社コーセー

[Name] KOSE CORPORATION (DN 69-054-3525)

【住所又は居所】東京都中央区日本橋3丁目6番2号

(72) 【発明者】

【氏名】橋 清美

【住所又は居所】東京都北区栄町48番18号 株式会社コーセー研究所内

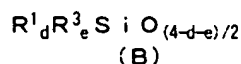
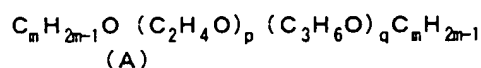
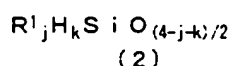
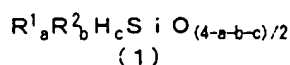
(74) 【代理人】

【弁理士】

(57) 【要約】

【目的】炭化水素油、エステル油、トリグリセライド等の液状油を原料としたペースト状オイル組成物及びこれを含有する化粧料を提供する。

【構成】下記一般式(1)及び／又は下記一般式(2)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと、下記一般式(A)で表されるポリオキシアルキレンジアルケニルエーテル及び／又は下記一般式(B)で表されるオルガノポリシロキサンとを重合成分とし、且つ下記一般式(1)及び／又は下記一般式(A)で表される成分を必須の重合成分として付加重合させたシリコン重合体100重量部及び10～1,000重量部の液状油を、せん断力下で混練処理してなるペースト状オイル組成物。



【特許請求の範囲】

【請求項1】下記一般式(1)及び／又は下記一般式(2)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと、下記一般式(A)で表されるポリオキシアルキレンジアルケニルエーテル及び／又は下記一般式(B)で表されるオルガノポリシロキサンとを重合成分とし、且つ前記一般式(1)及び／又は前記一般式(A)で表される成分を必須の重合成分と

[Address] Tokyo Chuo-ku Nihonbashi 3-6-2

(72) [Inventor]

[Name] Tachibana Kiyomi

[Address] Inside of Tokyo Kita-ku Sakae-cho 48-18 Kose Corporation (DN 69-054-3525) research laboratory

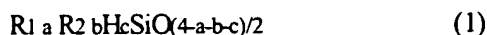
(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Patent Attorney]

(57) [Abstract]

[Objective] Paste oil composition which designates hydrocarbon oil, ester oil and triglyceride or other liquid state oil as the starting material and cosmetic which contains this are offered.

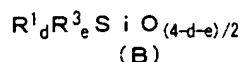
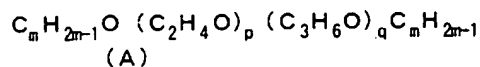
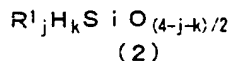
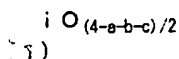
[Constitution] Organo hydrogen polysiloxane which is displayed with below-mentioned General Formula (1) and/or below-mentioned General Formula (2), polyoxyalkylene di alkenyl ether which is displayed with below-mentioned General Formula (A), and/or organopolysiloxane which is displayed with below-mentioned General Formula (B), makes polymerizing ingredient, At same time kneading doing liquid state oil of silicone polymer 100 parts by weight and 10 to 1,000 parts by weight which addition polymerization are done, under shear force with component which is displayed with below-mentioned General Formula (1) and/or below-mentioned General Formula (A) as the necessary polymerizing ingredient, paste oil composition which becomes.



[Claim(s)]

[Claim 1] Organo hydrogen polysiloxane which is displayed with below-mentioned General Formula (1) and/or below-mentioned General Formula (2), polyoxyalkylene di alkenyl ether which is displayed with below-mentioned General Formula (A), and/or, designated organopolysiloxane which is displayed with below-mentioned General Formula (B) as polymerizing ingredient, At

して付加重合させてなり、且つ炭素数4～30の一価のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基を少なくとも一つ含有するシリコン重合体100重量部及び10～1,000重量部の液状油をせん断力下で混練してなるペースト状オイル組成物。

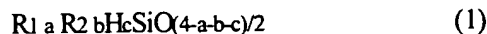


[ここで、R<sup>1</sup>は同種又は異種の置換又は非置換の炭素数1～30の各々一価のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基であり、且つこのR<sup>1</sup>のうちの少なくとも一つは炭素数4～30の一価のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基である。R<sup>2</sup>は一般式-C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>f</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>g</sub>R<sup>4</sup>で示される有機基、R<sup>3</sup>は末端ビニル基を有する炭素数2～10の一価の炭化水素基、R<sup>4</sup>は水素原子もしくは炭素数1～10の飽和有機基又はR<sup>5</sup>-(CO)-で示される基、R<sup>5</sup>は炭素数1～5の飽和有機基である。また、a、b、c、d、e、j及びkはそれぞれ1.0≤a≤2.5, 0.001≤b≤1.0, 0.001≤c≤1.0, 1.0≤d≤3.0, 0.001≤e≤1.5, 1.0≤j≤3.0及び0.001≤k≤1.5である。またf及びpは2～200の整数、g及びqは0～200の整数、f+gは3～200、p+qは3～200であり、m及びnは2～6である。]

【請求項2】液状油が、炭化水素油、エステル油、高級脂肪酸油、高級アルコール油からなる群より選ばれた一種又は二種以上の液状油である請求項1記載のペースト状オイル組成物。

【請求項3】下記一般式(1)及び/又は下記一般式(2)で表されるオルガノヒドロジェンポリシロキサンと、下記一般式(A)で表されるポリオキシアルキレンジアルケニルエーテル及び/又は下記一般式(B)で表されるオルガノボ

same time addition polymerization doing with component which is displayed with aforementioned General Formula (1) and/or aforementioned General Formula (A) as necessary polymerizing ingredient, it becomes, at same time alkyl group of carbon number 4 to 30 monovalent, kneading it does liquid state oil of silicone polymer 100 parts by weight and 10 to 1,000 parts by weight which aryl group, the aralkyl group or halogenated hydrocarbon group at least one are contained under shear force and the paste oil composition which becomes.

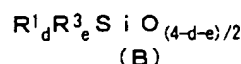
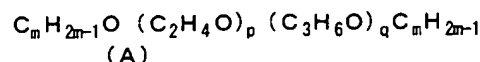
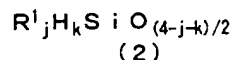
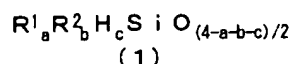


(Here, R<sup>1</sup> alkyl group of each monovalent of substituted or unsubstituted carbon number 1 to 30 of same kind or different kind, is the aryl group, aralkyl group or halogenated hydrocarbon group, at same time at least one among this R<sup>1</sup> alkyl group of carbon number 4 to 30 monovalent, is aryl group, aralkyl group or the halogenated hydrocarbon group. As for R<sup>2</sup> as for organic group and R<sup>3</sup> which are shown with the General Formula -C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>f</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>g</sub>R<sup>4</sup> hydrocarbon group of carbon number 2 to 10 monovalent which possesses terminal vinyl basis, as for the R<sup>4</sup> as for group and R<sup>5</sup> which are shown with the hydrogen atom or carbon number 1 to 10 saturated organic group or R<sup>5</sup>-(CO)- it is a carbon number 1 to 5 saturated organic group. In addition, a, b, c, d, e and j and k the respective 1.0 a 2.5, 0.001 b 1.0, are 0.001 c 1.0, 1.0 d 3.0, 0.001 e 1.5, 1.0 j 3.0 and 0.001 k 1.5. In addition as for f and p integer of 2 to 200, as for g and q the integer of 0 to 200, as for f+g as for 3 to 200 and the p+q it is a 3 to 200, m and n is 2 to 6. ]

[Claim 2] Liquid state oil, from group which consists of hydrocarbon oil, ester oil, the higher aliphatic acid oil and higher alcohol oil paste oil composition which is stated in Claim 1 which is a liquid state oil of one, two or more kinds which is chosen.

[Claim 3] Organo hydrogen polysiloxane which is displayed with below-mentioned General Formula (1) and/or below-mentioned General Formula (2), polyoxyalkylene di alkenyl ether which is displayed with below-mentioned General Formula (A), and/or,

リシロキサンとを重合成分とし、且つ前記一般式(1)及び／又は前記一般式(A)で表される成分を必須成分として付加重合させたシリコン重合体100重量部及び10～1,000重量部のトリグリセライド液状油をせん断力下で混練処理してなるペースト状オイル組成物。



[ここで、R<sup>1</sup>は同種又は異種の置換又は非置換の炭素数1～30の各々一価のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基であり、R<sup>2</sup>は一般式-C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>f</sub>(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>g</sub>R<sup>4</sup>で示される有機基、R<sup>3</sup>は末端ビニル基を有する炭素数2～10の一価の炭化水素基、R<sup>4</sup>は水素原子もしくは炭素数1～10の飽和有機基又はR<sup>5</sup>-(CO)-で示される基、R<sup>5</sup>は炭素数1～5の飽和有機基である。また、a、b、c、d、e、j及びkはそれぞれ1.0 ≤ a ≤ 2.5, 0.001 ≤ b ≤ 1.0, 0.001 ≤ c ≤ 1.0, 0 ≤ d ≤ 3.0, 0.001 ≤ e ≤ 1.5, 0 ≤ j ≤ 3.0及び0.001 ≤ k ≤ 1.5である。またf及びpは2～200の整数、g及びqは0～200の整数、f+gは3～200、p+qは3～200であり、m及びnは2～6である。]

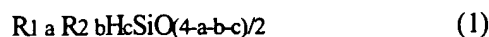
【請求項4】請求項1、2又は3記載のペースト状オイル組成物を含有することを特徴とする化粧料。

#### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ペースト状オイル組成物及びそれを含有する化粧料に関し、更に詳細には、特定構造のシリコン重合体と液状油とを特定の割合でせん断力下で混練処理して得られるペースト状オイル組成物、及び該ペースト状オイル組成物を含有する化粧料に関する。

organopolysiloxane which is displayed with below-mentioned General Formula (B), makes polymerizing ingredient. At same time kneading doing triglyceride liquid state oil of silicone polymer 100 parts by weight and 10 to 1,000 parts by weight which addition polymerization are done under shear force with component which is displayed with aforementioned General Formula (1) and/or aforementioned General Formula (A) as the essential component, paste oil composition which becomes.



(Here, R<sup>1</sup> alkyl group of each monovalent of substituted or unsubstituted carbon number 1 to 30 of same kind or different kind, is the aryl group, alkyl group or halogenated hydrocarbon group, as for R<sup>2</sup> as for organic group and R<sup>3</sup> which are shown with General Formula -C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>f</sub>(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>g</sub>R<sup>4</sup> hydrocarbon group of carbon number 2 to 10 monovalent which possesses terminal vinyl basis, as for R<sup>4</sup> as for group and the R<sup>5</sup> which are shown with hydrogen atom or carbon number 1 to 10 saturated organic group or R<sup>5</sup>-(CO)- is the carbon number 1 to 5 saturated organic group. In addition, a, b, c, d, e and j and k the respective 1.0 ≤ a ≤ 2.5, 0.001 ≤ b ≤ 1.0, 0.001 ≤ c ≤ 1.0, 0 ≤ d ≤ 3.0, 0.001 ≤ e ≤ 1.5, 0 ≤ j ≤ 3.0 and 0.001 ≤ k ≤ 1.5. In addition as for f and p integer of 2 to 200, as for g and q the integer of 0 to 200, as for f+g as for 3 to 200 and the p+q it is a 3 to 200, m and n is 2 to 6. ]

[Claim 4] Cosmetic which designates that paste oil composition which is stated in Claim 1, 2 or 3 is contained as feature.

#### [Description of the Invention]

#### [0001]

[Technological Field of Invention] As for this invention, in regard to paste oil composition and cosmetic which contains that, furthermore in detail, silicone polymer and liquid state oil of specific structure at specific ratio kneading doing under shear force, paste oil composition which is acquired, regards cosmetic

[0002]

【従来の技術】炭化水素油、エステル油、トリグリセライド油、高級脂肪酸油、高級アルコール油などの液状油を増粘させてペースト状、ゲル状にして使用することは、医療、化粧品など分野で従来より広く行われている。これらの液状油をペースト状、ゲル状にするには、従来、金属石鹸、ショ糖脂肪酸エステル、有機性ベントナイト、デキストリン脂肪酸エステル等を単独であるいはこれらを組み合わせて使用していた。

[0003]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、金属石鹸は、液状油に対する溶解性が悪く、溶解に100℃程度の高温を必要とするため、他の混合油剤や顔料等に影響を及ぼして品質低下を招くとともに、ここに得られるペースト状、ゲル状組成物は、ひび割れ、油のしみだし、あるいは発汗などの経時的な変化を起こし易く、そのうえ、艶や延び等についても、不満足な点が多い。ショ糖脂肪酸エステルは、液状油に対する増粘性、ゲル化性に乏しく、また得られたペースト状、ゲル状組成物は透明性が良好と言えず、低温における安定性に欠けるという問題点を有する。またデキストリン脂肪酸エステルは、生成したゲルが硬く、チキソトロピー性に欠け、経時的に油が離れようとするなどの問題を生じ、安定性に劣っている。

【0004】ところで、医療、化粧品の分野では、調合組成物中に油分だけでなく、水分も必要成分として配合される場合が多い。このような場合、常法に従って、界面活性剤を使用しないと、油分と水分を均一かつ安定な状態で分散させることは困難である。ところが、界面活性剤は皮膚に対して刺激性を有するものが多いのでそれを多量に使用することは好ましくない。

【0005】本発明は、上記の従来の金属石鹸、ショ糖脂肪酸エステル、有機性ベントナイト、デキストリン脂肪酸エステル等を増粘剤に用いた場合の問題点を解消し、優れた物性を有し、また界面活性剤を使用することなく水を安定且つ均一に分散することのできるペースト状オイル組成物及び該ペースト状オイル組成物を含有する化粧料を提供することを目的とする。

[0006]

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記実情に鑑み、鋭意研究を行った結果、特定構造のシリコーン重合体と炭化水素油、エステル油、トリグリセライド油、高級脂肪酸油

which contains said paste oil composition.

[0002]

[Prior Art] Increased viscosity doing hydrocarbon oil, ester oil, triglyceride oil, higher aliphatic acid oil and the higher alcohol oil or other liquid state oil, using in paste and gel, is widely done from until recently with field such as medicine and cosmetics. To designate these liquid state oil as paste and gel, until recently, the metal soap, sucrose aliphatic ester, organic bentonite and dextrin aliphatic ester etc were used or combining these with alone.

[0003]

[Problems to be Solved by the Invention] But, because as for metal soap, solubility for liquid state oil is bad, needs the high temperature of 100 °C extent in melting, exerting influence on other mixed oil agent and pigment etc, as it causes quality decrease, as for paste and the gel composition which are acquired here, oozing, or perspiration or other variation over time of the crack and oil is easy to happen. On that, concerning gloss and extension etc, unsatisfactory point is many. It possesses problem that paste and gel composition where sucrose fatty acid ester is lacking in viscosity increasing property and gelling property for liquid state oil, in addition acquires cannot call transparency good, are lacking in stability in the low temperature. In addition gel which is formed is hard, lacks dextrin fatty acid ester, in the thixotropy, oil causes or other problem which syneresis is done in the timewise, is inferior to stability.

[0004] By way, among field of medicine and cosmetics, it is combined not only a oil component, water when as necessary component is many in compounding ones. In this kind of case, following to conventional method, unless you use the surfactant, oil component and water it is difficult to disperse with the uniform and stable state. However, because as for surfactant those which possess irritability vis-a-vis skin are many, as for using that for large amount it is not desirable.

[0005] Without this invention above-mentioned conventional metal soap, cancels problem when the sucrose aliphatic ester, organic bentonite and dextrin aliphatic ester etc are used for thickener, possesses property which is superior, in addition using surfactant, the water paste oil composition which can disperse to stability and uniform, It designates that cosmetic which contains said paste oil composition is offered as object.

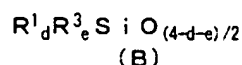
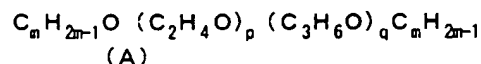
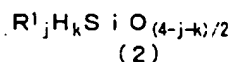
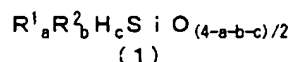
[0006]

[Means to Solve the Problems] As for this inventor, In above-mentioned actual condition to consider, Of doing diligent research as for result, silicone polymer of specific structure

、高級アルコール油などの液状油とを特定の割合でせん断力下で混練処理すると、高い構造粘性、チキソトロピー性を持ち、更に水を安定且つ均一に分散させ得るペースト状オイル組成物が得られることを知見し、更にこのペースト状オイル組成物を含有した化粧料は、温度安定性が良好で、使用性に優れることを見出して、本発明を完成した。特定構造のシリコン重合体が低粘度シリコン油に対して膨潤性を示す特性を有することを利用して、該重合体を低粘度シリコン油に配合して、低粘度シリコン油をペースト状或いはグリース状にすることが提案されている（特開平４－２７２９３２号公報、特開平２－４３２６３号公報）が、本発明は、ある種の特定構造のシリコン重合体は、意外にも、シリコン油以外に炭化水素油、エステル油、トリグリセライド油、高級脂肪酸油、高級アルコール油の一般の液状油に対しても優れた増粘作用を有することを知見してなされたものである。

【０００７】すなわち、本発明は、下記一般式（１）及び／又は下記一般式（２）で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと、下記一般式（Ａ）で表されるポリオキシアルキレンジアルケニルエーテル及び／又は下記一般式（Ｂ）で表されるオルガノポリシロキサンとを重合成分とし、且つ前記一般式（１）及び／又は前記一般式（Ａ）で表される成分を必須成分として付加重合させたシリコン重合体１００重量部及び１０～１、０００重量部の液状油をせん断力下で混練処理してなるペースト状オイル組成物である。また、該ペースト状オイル組成物を含有する化粧料である。

【０００８】

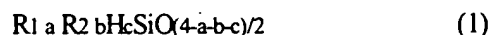


【０００９】〔ここで、 $R^1$ は同種又は異種の置換又は非置換の各々一価のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハ

hydrocarbon oil, When ester oil, triglyceride oil, higher aliphatic acid oil and higher alcohol oil or other liquid state oil at specific ratio the kneading it does under shear force, furthermore water knowledge it did that paste oil composition which can be dispersed to stability and uniformity is acquired with high structural viscosity and thixotropy, furthermore cosmetic which contains this paste oil composition, thermal stability being good, discovering fact that it is superior in use property, completed this invention. silicone polymer of specific structure utilizing fact that it possesses the characteristic which shows swellable vis-a-vis low viscosity silicone oil, Combining said polymer to low viscosity silicone oil, (Japan Unexamined Patent Publication Hei 4-272932 disclosure and Japan Unexamined Patent Publication Hei 2-43263 disclosure) where what designates the low viscosity silicone oil as paste or grease is proposed, as for this invention, as for silicone polymer of the specific structure of a certain kind, even unexpectedly, other than the silicone oil vis-a-vis general liquid state oil of hydrocarbon oil, ester oil, the triglyceride oil, higher aliphatic acid oil and higher alcohol oil knowledge doing that it possesses the thickening action which is superior it is something which you can do.

[0007] As for namely, this invention, organo hydrogen polysiloxane which is displayed with the below-mentioned General Formula (1) and/or below-mentioned General Formula (2), polyoxyalkylene di alkenyl ether which is displayed with below-mentioned General Formula (A), and/or, organopolysiloxane which is displayed with below-mentioned General Formula (B), makes polymerizing ingredient, At same time kneading doing liquid state oil of silicone polymer 100 parts by weight and 10 to 1,000 parts by weight which addition polymerization are done under shear force with component which is displayed with aforementioned General Formula (1) and/or aforementioned General Formula (A) as the essential component, it is a paste oil composition which becomes. In addition, it is a cosmetic which contains said paste oil composition.

[0008]



[0009] (Here,  $R^1$  alkyl group of each monovalent of substituted or unsubstituted of same kind or different kind, is the aryl

ロゲン化炭化水素基であり、 $R^2$ は一般式  $-C_nH_{2n}O$  ( $C_2H_4O$ )<sub>f</sub> ( $C_3H_6O$ )<sub>g</sub>  $R^4$ で示される有機基、 $R^3$ は末端ビニル基を有する炭素数2~10の一価の炭化水素基、 $R^4$ は水素原子もしくは炭素数1~10の飽和有機基又は $R^5-(CO)-$ で示される基、 $R^5$ は炭素数1~5の飽和有機基である。また、a、b、c、d、e、j及びkはそれぞれ1、 $0 \leq a \leq 2$ 、5、0、 $0.001 \leq b \leq 1$ 、0、0、 $0.001 \leq c \leq 1$ 、0、1、 $0 \leq d \leq 3$ 、0、0、 $0.001 \leq e \leq 1$ 、5、1、 $0 \leq j \leq 3$ 、0及び0、 $0.001 \leq k \leq 1$ 、5である。またf及びpは2~200の整数、g及びqは0~200の整数、f+gは3~200、p+qは3~200であり、m及びnは2~6である。]

【0010】上記重合成分の一般式(1)、(2)及び(B)の式中の $R^1$ は、置換又は非置換の一価のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基であるが、それらの炭素数は1~30である。そして、増粘の対象油が炭化水素油、エステル油、高級脂肪酸油、高級アルコール油の通常の液状油の場合には、付加重合させたシリコン重合体中に炭素数4~30の一価のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基が少なくとも一つ存在するように $R^1$ 基を選択する。また増粘の対象油がトリグリセライド油或いはこれを主体とした油の場合は、付加重合させたシリコン重合体中に炭素数1~30の一価のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基が存在する範囲で $R^1$ 基を選択することができる。

#### 【0011】

【発明の実施の形態】前記一般式(1)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンとしては、 $R^1SiO_{1.5}$ 単位、 $R^1_2SiO$ 単位、 $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位、 $R^2SiO_{1.5}$ 単位、 $R^2R^1SiO$ 単位、 $R^2R^1_2SiO_{0.5}$ 単位、 $HSiO_{1.5}$ 単位、 $HR^1SiO$ 単位、 $HR^1_2SiO_{0.5}$ 単位等からなるものが挙げられる。このオルガノハイドロジェンポリシロキサンは直鎖状、分岐状、環状のいずれであっても良いが、付加重合を円滑に進める為には直鎖状であることが好ましい。

【0012】また、前記一般式(2)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンとしては、 $R^1SiO_{1.5}$ 単位、 $R^1_2SiO$ 単位、 $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位、 $R^1HSiO$ 単位、 $R^1_2HSiO_{0.5}$ 単位、 $HSiO_{1.5}$ 単位等からなるものが挙げられる。このオルガノハイドロジェンポリシロキサンは直鎖状、分岐状、環状のいずれであっても良いが、付加重合を円

group, aralkyl group or halogenated hydrocarbon group, as for  $R^2$  as for organic group and  $R^3$  which are shown with General Formula  $-C_nH_{2n}O(C_2H_4O)_f(C_3H_6O)_g$   $R^4$  hydrocarbon group of carbon number 2 to 10 monovalent which possesses terminal vinyl basis, as for  $R^4$  as for group and the  $R^5$  which are shown with hydrogen atom or carbon number 1 to 10 saturated organic group or  $R^5-(CO)-$  is the carbon number 1 to 5 saturated organic group. In addition, a, b, c, d, e and j and k the respective 1.0 a 2.5, 0.001 b 1.0, are 0.001 c 1.0, 1.0 d 3.0, 0.001 e 1.5, 1.0 j 3.0 and 0.001 k 1.5. In addition as for f and p integer of 2 to 200, as for g and q the integer of 0 to 200, as for f+g as for 3 to 200 and the p+q it is a 3 to 200, m and n is 2 to 6. ]

[0010] General formula (1), (2) of above-mentioned polymerizing ingredient and  $R^1$  in Formula of the (B), alkyl group of substituted or unsubstituted monovalent, are aryl group, aralkyl group or halogenated hydrocarbon group, but those carbon number are 1 to 30. When and, object oil of increased viscosity is conventional liquid state oil of hydrocarbon oil, ester oil, the higher aliphatic acid oil and higher alcohol oil, in order alkyl group of carbon number 4 to 30 monovalent, aryl group, the aralkyl group or halogenated hydrocarbon group at least one to exist in silicone polymer which addition polymerization is done,  $R^1$  group is selected. In addition when object oil of increased viscosity triglyceride oil or it is a oil which designates this as main component, in silicone polymer which addition polymerization is done alkyl group of carbon number 1 to 30 monovalent,  $R^1$  group can be selected in range where aryl group, aralkyl group or halogenated hydrocarbon group exist.

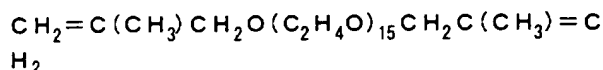
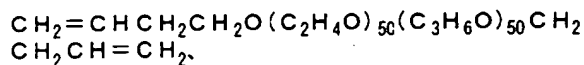
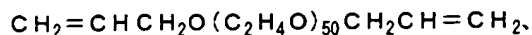
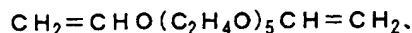
#### [0011]

[Embodiment of Invention] You can list those which consist of  $R^1SiO_{1.5}$  unit,  $R^1_2SiO$  unit,  $R^1_3SiO_{0.5}$  unit, the  $R^2SiO_{1.5}$  unit,  $R^2R^1SiO$  unit,  $R^2R^1_2SiO_{0.5}$  unit,  $HSiO_{1.5}$  unit,  $HR^1SiO$  unit and  $HR^1_2SiO_{0.5}$  unit etc as organo hydrogen polysiloxane which is displayed with aforementioned General Formula (1). This organo hydrogen polysiloxane is good being whichever of straight chain, branched and the cyclic, but in order to advance addition polymerization smoothly, it is desirable to be a straight chain.

[0012] In addition, you can list those which consist of  $R^1SiO_{1.5}$  unit,  $R^1_2SiO$  unit, the  $R^1_3SiO_{0.5}$  unit,  $R^1HSiO$  unit,  $R^1_2HSiO_{0.5}$  unit and  $HSiO_{1.5}$  unit etc as organo hydrogen polysiloxane which is displayed with aforementioned General Formula (2). This organo hydrogen polysiloxane is good being whichever of straight chain, branched and the cyclic, but in

滑に進める為には直鎖状であることが好ましい。

【0013】次に、前記一般式(A)で表されるポリオキシアルキレンジアルケニルエーテルとしては、例えば、



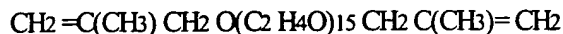
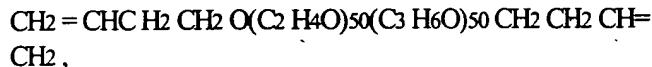
などのポリオキシエチレン、或いはポリオキシエチレン及びポリオキシプロピレンを有し、両末端が、ビニル基、アリル基などの脂肪族不飽和基である化合物が挙げられる。

【0014】また、前記一般式(B)で表されるオルガノポリシロキサンとしては、 $\text{R}^1\text{SiO}_{1.5}$ 単位、 $\text{R}^1_2\text{SiO}$ 単位、 $\text{R}^1_3\text{SiO}_{0.5}$ 単位、 $\text{R}^3\text{SiO}_{1.5}$ 単位、 $\text{R}^3_2\text{SiO}$ 単位、 $\text{R}^3_3\text{SiO}_{0.5}$ 単位、 $\text{R}^3\text{R}^1\text{SiO}$ 単位、 $\text{R}^3\text{R}^1_2\text{SiO}_{0.5}$ 単位、 $\text{R}^1\text{R}^3_2\text{SiO}_{0.5}$ 単位等からなるものが挙げられる。このオルガノポリシロキサンは直鎖状、分岐状、環状のいずれであっても良いが、付加重合を円滑に進める為には直鎖状であることが好ましい。

【0015】 $\text{R}^1$ は、置換又は非置換の炭素数1~30の各々一価のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基であるが、この $\text{R}^1$ 基の例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ドデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基、エイコシル基、オクタコシル基、トリアコンチル基等のアルキル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等の飽和脂環式炭化水素基；フェニル基、トリル基等のアリール基；ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基；トリフロロプロピル基、ヘプタデカフロロデシル基、クロロプロピル基、クロロフェニル基等のハロゲン化炭化水素基などを挙げることができる。この $\text{R}^1$ 基は、ペースト状オイル組成物を作るときに対象となる液状油の種類に応じて選択する。すなわち、トリオクタン酸グリセリル等のトリグリセライド油を主成分とする油を対象にするときには、炭素数1~30の一価のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基の中から $\text{R}^1$ を選択する。また、その他の炭化水素油、エステル油、高級脂肪酸油、高級アルコール油を対象にするときには、付加重合させたシリコン重合体中に炭素数4~30の一価のアルキル基、

order to advance addition polymerization smoothly, it is desirable to be a straight chain.

[0013] Next, as polyoxyalkylene di alkenyl ether which is displayed with aforementioned General Formula (A), the following are examples



It possesses or other polyoxyethylene or polyoxyethylene and polyoxypropylene, compound which is a vinyl group and an allyl group or other aliphatic unsaturated group it can list both ends.

[0014] In addition, you can list those which consist of  $\text{R}^1\text{SiO}_{1.5}$  unit,  $\text{R}^1_2\text{SiO}$  unit, the  $\text{R}^1_3\text{SiO}_{0.5}$  unit,  $\text{R}^3\text{SiO}_{1.5}$  unit,  $\text{R}^3_2\text{SiO}$  unit,  $\text{R}^3_3\text{SiO}_{0.5}$  unit,  $\text{R}^3\text{R}^1\text{SiO}$  unit,  $\text{R}^3\text{R}^1_2\text{SiO}_{0.5}$  unit and the  $\text{R}^1\text{R}^3_2\text{SiO}_{0.5}$  unit etc as organopolysiloxane which is displayed with aforementioned General Formula (B). This organopolysiloxane is good being whichever of straight chain, branched and the cyclic, but in order to advance addition polymerization smoothly, it is desirable to be a straight chain.

[0015]  $\text{R}^1$ , alkyl group of each monovalent of substituted or unsubstituted carbon number 1 to 30, is aryl group, the aralkyl group or halogenated hydrocarbon group, but as example of this  $\text{R}^1$  group, methyl group, the ethyl group, propyl group, butyl group, pentyl group, hexyl group, heptyl group, the octyl group, nonyl group, decyl group, dodecyl group, hexadecyl group, octadecyl group, the eicosyl group, octacosyl group, triacontyl group or other alkyl group, cyclopentyl group and cyclohexyl group or other saturated alicyclic hydrocarbon group; phenyl group and tolyl group or other aryl group; benzyl group and phenethyl group or other aralkyl group; trifluoropropyl group, the heptafluorodecyl group, chloropropyl group and chlorophenyl group or other halogenated hydrocarbon group etc can be listed. When making paste oil composition, it selects this  $\text{R}^1$  group, according to types of liquid state oil which becomes object. When designating oil which designates namely, glycerine trioctanoate or other triglyceride oil as main component as the object, alkyl group of carbon number 1 to 30 monovalent, aryl group,  $\text{R}^1$  is selected the aralkyl group or halogenated



アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基を少なくとも一つ以上含有させる条件のもとで、炭素数1~30の一価のアラルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基の中からR<sup>1</sup>を選択する。

また、R<sup>3</sup>で示される脂肪族不飽和基の例として、アリール基などが挙げられ、R<sup>4</sup>の例としては、水素原子のほかに、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基等の飽和脂肪族炭化水素基が挙げられる。R<sup>5</sup>の例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基等の飽和脂肪族炭化水素基が挙げられる。

[0017] 本発明において、aは1.0~2.5であるが、好ましくは1.0~2.0である。aが1.0より小さいと、液状油に対して得られた重合体が十分に膨潤せず、2.5より大きいと、得られた重合体を液状油とせん断力下で混練して調製したペースト状オイル組成物に水が十分に分散することができない。

[0018] bは0.001~1.0であるが、好ましくは0.005~1.0である。bが0.001より小さいと、得られた重合体を液状油とせん断力下で混練して調製したペースト状オイル組成物に水が十分に分散することができず、1.0より大きいと、得られた重合体が液状油に十分に膨潤しない。

[0019] cは0.001~1.0であるが、好ましくは0.005~1.0である。cが0.001より小さいと、付加重合により得られる重合体中における3次元構造の形成が困難となり、液状油の増粘性に乏しいものとなる。一方、1.0より大きいと、付加重合により形成される3次元構造の架橋密度が高くなりすぎ、液状油を安定に保持できなくなる。

[0020] dは1.0~3.0であるが、好ましくは1.0~2.5である。dが1.0より小さいと、付加重合により形成される3次元構造の架橋密度が高くなりすぎ、液状油を安定に保持することのできる重合体が得られない。一方、3.0より大きいと、付加重合により得られる重合体中における3次元構造の形成が不十分となり、液状油の増粘性に乏

hydrocarbon group from midst. In addition, when other hydrocarbon oil, designating ester oil, higher aliphatic acid oil and higher alcohol oil as object, in silicone polymer which addition polymerization is done the alkyl group of carbon number 4 to 30 monovalent, in origin of condition which aryl group, aralkyl group or halogenated hydrocarbon group at least one is contained, alkyl group of carbon number 1 to 30 monovalent, the aryl group, R<sup>1</sup> is selected aralkyl group or halogenated hydrocarbon group from midst.

[0016] In addition, you can list vinyl group and allyl group etc as example of the aliphatic unsaturated group which is shown with R<sub>3</sub>, you can list to other than the hydrogen atom, methyl group, ethyl group, propyl group, butyl group, pentyl group, the hexyl group, heptyl group, octyl group, nonyl group and decyl group or other saturated aliphatic hydrocarbon group as example of the R<sub>4</sub>. As example of R<sub>5</sub>, you can list methyl group, ethyl group, propyl group, the butyl group and pentyl group or other saturated aliphatic hydrocarbon group.

[0017] Regarding to this invention, a is 1.0 to 2.5, but it is a preferably 1.0 to 2.0. When a is smaller than 1.0, when polymer which is acquired vis-a-vis liquid oil swelling does not do in fully, is larger than 2.5, kneading polymer which is acquired under liquid oil and shear force, water cannot disperse to fully in paste oil composition which it manufactures.

[0018] B is 0.001 to 1.0, but it is a preferably 0.005 to 1.0. When b is smaller than 0.001, kneading polymer which is acquired under liquid oil and shear force, when water cannot disperse to fully in paste oil composition which it manufactures than the 1.0 is larger, polymer which is acquired in liquid oil the swelling does not do in fully.

[0019] C is 0.001 to 1.0, but it is a preferably 0.005 to 1.0. When c is smaller than 0.001, formation of 3-dimensional structure in the polymer which is acquired by addition polymerization becomes difficult, becomes something which is lacking in viscosity increasing property of liquid oil. On one hand, when it is larger than 1.0, crosslink density of 3-dimensional structure which is formed by addition polymerization to become too high, cannot keep liquid oil in stability and becomes.

[0020] D is 1.0 to 3.0, but it is a preferably 1.0 to 2.5. When d is smaller than 1.0, crosslink density of 3-dimensional structure which is formed by addition polymerization becomes too high, polymer which can keep the liquid oil in stability is not acquired. On one hand, when it is larger than 3.0, formation of 3-dimensional structure in polymer which is acquired by

しいものとなる。

【0021】更に、 $e$ は0.001～1.5であるが、好ましくは0.005～1.0である。 $e$ が0.001より小さいと、目的とする重合体中における3次元構造の形成が困難となり、液状油の増粘性に乏しいものとなり、1.5より大きいと、付加重合により形成される3次元構造の架橋密度が高くなりすぎ、液状油を安定に保持することのできる重合体を得ることができない。

【0022】 $f$ 及び $p$ は2～200であるが、好ましくは5～100である。 $g$ 及び $q$ は0～200であるが、好ましくは0～100である。更に、得られた重合体を液状油とせん断力下で混練して得られたペースト状オイル組成物に水が十分に分散させるためには、 $f/g \geq 1$ 及び又は、 $p/q \geq 1$ であることが望ましい。

【0023】 $j$ は1.0～3.0であるが、好ましくは1.0～2.5である。 $j$ が1.0より小さいと、得られた重合体中の液状油への膨潤性が十分に得られず、3.0より大きいと、付加重合により得られる3次元構造を形成することが困難となり、液状油の増粘性に乏しいものとなる。

【0024】 $k$ は0.001～1.5であるが、好ましくは0.005～1.0である。 $k$ が0.001より小さいと、付加重合により得られる重合体中に3次元構造を形成することが困難となり、液状油の増粘性に乏しいものとなる。また、1.5より大きいと、付加重合により形成される3次元構造の架橋密度が高くなりすぎ、得られた重合体が液状油を安定に保持しなくなる。 $m$ 及び $n$ は2～6であるが、特に一般式(2)のオルガノハイドロジェンポリシロキサンと反応する場合には $m$ が3～6であることが好ましい。

【0025】これらの一般式(1)及び(2)のオルガノハイドロジェンポリシロキサンと一般式(A)のポリオキシアルキレン及び/又一般式(B)のオルガノポリシロキサンとの付加重合は、白金化合物(例えば、塩化白金酸、アルコール変性塩化白金酸、塩化白金酸-ビニルシロキサン錯体等)、又はロジウム化合物の存在下、室温又は加温下(約50～150℃)で反応させれば良い。

【0026】付加重合を行う際には、必要に応じて有機溶媒を使用しても良い。係る有機溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、2-プロパノール、ブタノール等の脂肪族アルコール；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素； $n$ -ペンタン、 $n$ -ヘキサン、シクロヘキサン等の脂肪族又は脂環式炭化水素；ジクロロメタン、クロロホルム

addition polymerization becomes insufficient, becomes something which is lacking in viscosity increasing property of liquid oil.

[0021] Furthermore,  $e$  is 0.001 to 1.5, but it is preferably 0.005 to 1.0. When  $e$  is smaller than 0.001, when formation of 3-dimensional structure in polymer which is made objective becomes difficult, becomes something which is lacking in viscosity increasing property of liquid oil, is larger than the 1.5, crosslink density of 3-dimensional structure which is formed by addition polymerization becomes too high, cannot acquire polymer which can keep liquid oil instability.

[0022]  $F$  and  $p$  is 2 to 200, but it is preferably 5 to 100.  $g$  and  $q$  is 0 to 200, but it is preferably 0 to 100. Furthermore, kneading polymer which is acquired under the liquid state oil and shear force, in order for water to disperse to fully in paste oil composition which it acquires, it is desirable to be a  $f/g \geq 1$  and/or  $p/q \geq 1$ .

[0023]  $J$  is 1.0 to 3.0, but it is preferably 1.0 to 2.5. When  $j$  is smaller than 1.0, swellable to the liquid oil in polymer which is acquired is not acquired by fully, when it is larger than 3.0, it becomes difficult, to form the 3-dimensional structure which is acquired by addition polymerization becomes something which is lacking in viscosity increasing property of liquid oil.

[0024]  $K$  is 0.001 to 1.5, but it is preferably 0.005 to 1.0. When  $k$  is smaller than 0.001, it becomes difficult, to form 3-dimensional structure in polymer which is acquired by addition polymerization becomes something which is lacking in viscosity increasing property of liquid state oil. In addition, when it is larger than 1.5, crosslink density of 3-dimensional structure which is formed by addition polymerization becomes too high, polymer which is acquired stops keeping liquid state oil in stability.  $m$  and  $n$  is 2 to 6, but when it reacts with organo hydrogen polysiloxane of the especially General Formula (2), it is desirable for  $m$  to be 3 to 6.

[0025] Addition polymerization of organo hydrogen polysiloxane of these General Formula (1) and (2) and polyoxyalkylene of General Formula (A) and/or organopolysiloxane of General Formula (B), if platinum compound (Such as for example chloroplatinic acid, alcohol-modified chloroplatinic acid and chloroplatinic acid-vinyl siloxane complex), or under existing of rhodium compound, room temperature or under heating it reacts with (Approximately 50 to 150 °C), is good.

[0026] Case where addition polymerization is done, it is good using according to need organic solvent. for example methanol, ethanol, 2-propanol and butanol or other aliphatic alcohol; benzene, toluene and xylene or other aromatic hydrocarbon;  $n$ -pentane,  $n$ -hexane and cyclohexane or other aliphatic or alicyclic hydrocarbon; you can list the dichloromethane,

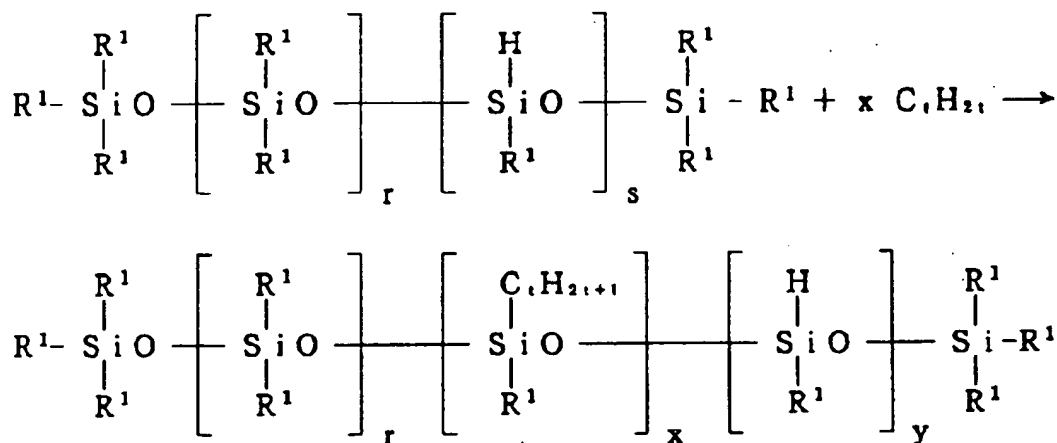
、四塩化炭素、トリクロロエタン、トリクロロエチレン、フッ化塩化炭化水素等のハロゲン化炭化水素などが挙げられるが、医療、化粧品用途として用いるうえからは、特にエタノールが好ましい。

【0027】本発明で用いるシリコン重合体は、例えば、一般式(2)で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと一般式(A)で示されるポリオキシアルキレンジアルケニルエーテルを付加重合することにより得られる。この一般式(2)のオルガノハイドロジェンポリシロキサンは以下の方法によって合成される。

(I) 次式の化1に示すように、一般式(2)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンに $\alpha$ -オレフィンを部分付加する。

【0028】

【化1】



(但し、 $\text{R}^1$ は前記と同じ、 $t$ は4~30である。 $x+y=s$ )

【0029】(II) 次式の化2に示すように、一般式(2)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンに $\alpha$ -オレフィンを全付加し、次いで、次式の化3に示すようにテトラオルガノシクロテトラシロキサンを再重合する。

【0030】

chloroform, carbon tetrachloride, trichloroethane, trichloroethylene and fluorochlorohydrocarbon or other halogenated hydrocarbon etc, as organic solvent which relates, but in addition to using from, as the medicine and cosmetics application especially ethanol is desirable.

[0027] Silicone polymer which is used with this invention is acquired organo hydrogen polysiloxane which is shown with for example General Formula (2) and by is shown polyoxyalkylene di alkenyl ether which addition polymerization doing with General Formula (A). organo hydrogen polysiloxane of this General Formula (2) is synthesized by method below.

(I) As shown in Chemical Formula 1 of next formula, -olefin portion is added to the organo hydrogen polysiloxane which is displayed with General Formula (2).

[0028]

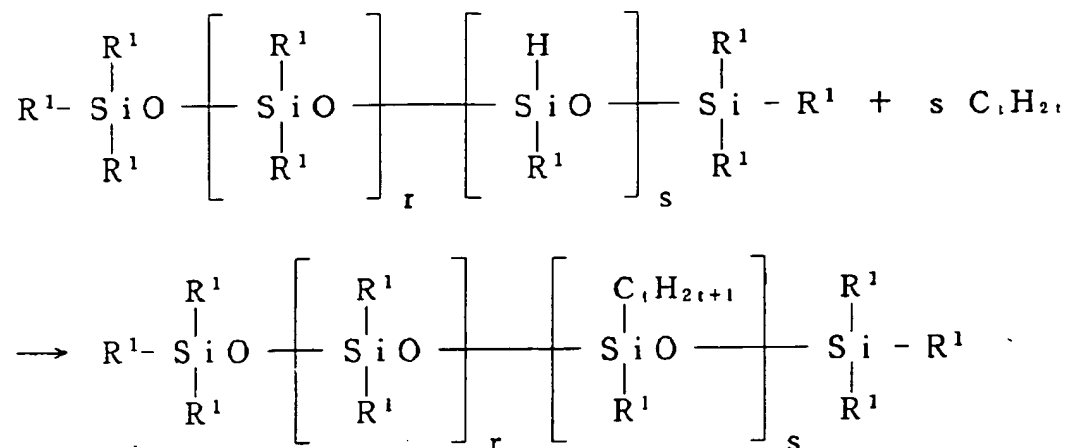
[Chemical Formula 1]

[0029] (II) As shown in Chemical Formula 2 of next formula, -olefin all is added to the organo hydrogen polysiloxane which is displayed with General Formula (2), as next, shown in Chemical Formula 3 of next formula, tetra organo cyclotetrasiloxane repolymerization is done.

[0030]

【化2】

[Chemical Formula 2]

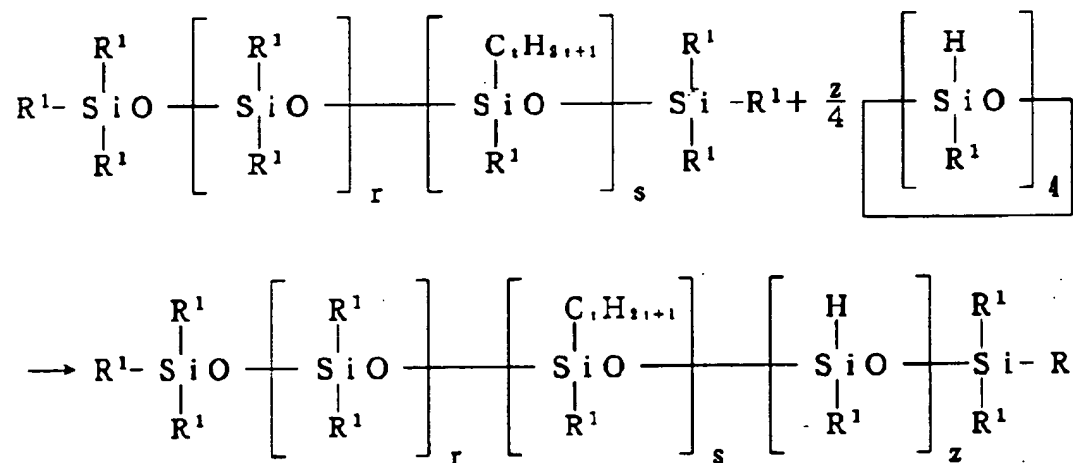
(但し、 $\text{R}^1$ は前記と同じ、 $t$ は4～30である。)

【0031】

[0031]

【化3】

[Chemical Formula 3]

(但し、 $\text{R}^1$ は前記と同じ、 $t$ は4～30である。)

【0032】 (III) 次式の化4に示すように、ヘキサオルガノジシロキサン、オクタオルガノシクロテトラシロキサン、テトラオルガノシクロテトラシロキサン、アルキル基含有環状シロキサンを重合する。

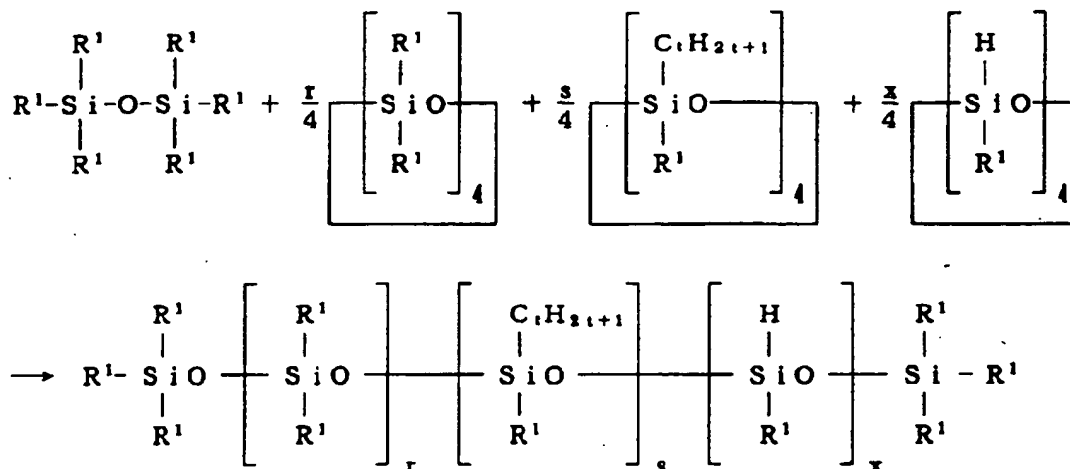
[0032] (III) As shown in Chemical Formula 4 of next formula, hexaorganodisiloxane, octa organo cyclotetrasiloxane, tetra organo cyclotetrasiloxane and alkyl group-containing ring shape siloxane are polymerized.

【0033】

[0033]

【化4】

[Chemical Formula 4]

(但し、 $R^1$ は前記と同じ、 $t$ は4~30である。)

【0034】この他、一般式(2)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンに $\alpha$ -オレフィンとポリオキシアルキレンジアルケニルエーテルを一括で付加反応することによっても、目的のシリコン重合物は得られる。また、前記一般式(1)で表される化合物が反応して得られる重合体は、ポリオキシアルキレン有機基を含有していないオルガノハイドロジェンポリシロキサンと、 $\alpha$ -オレフィンと片末端に脂肪族不飽和基を含有するポリオキシアルキレンとを部分付加反応させた後、これを単離することなくオルガノビニルポリシロキサンと付加重合を行わせて製造することができる。

【0035】本発明で使用する液状油は、流動パラフィン油、スクワラン、プリスタン等の炭化水素油；イソオクタン酸セチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸イソセチル、オレイン酸オクチルドデシル等のエステル油；トリオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル等のトリグリセライド油；イソステアリン酸、オレイン酸、ヘキサン酸、ヘプタン酸等の高級脂肪酸油；イソステアリンアルコール、オレイルアルコール等の高級アルコール油等である。これらは単独で用いても2種以上を混合して用いてもよい。

【0036】本発明においては、上記のシリコン重合体と、その重合体100重量部当たり10~1,000重量部、好ましくは20~500重量部の上記の液状油と共にせん断力下で混練処理することにより、ペースト状の均一な組成物が得られる。この場合、使用する液状油が10重量部未満であると、ペースト状とならず、また、1,000重量部を超えると、十分な増粘性を獲得することができないので良好なペースト状にはならない。

[0034] In addition, in organo hydrogen polysiloxane which is displayed with General Formula (2) -olefin and polyoxyalkylene di alkenyl ether by addition reaction doing with bundle, silicone polymer of objective is acquired. In addition, compound which is displayed with aforementioned General Formula (1) reacting, making organo vinyl polysiloxane and addition polymerization do, organo hydrogen polysiloxane which does not contain polyoxyalkylene organic group and -olefin and polyoxyalkylene which contains the aliphatic unsaturated group in single end after portion addition reaction, without isolating this it can produce polymer which is acquired.

[0035] Liquid state oil which is used with this invention, liquid paraffin oil, squalane and the Pristan or other hydrocarbon oil; cetyl isooctanoate, octyl dodecyl myristate, isopropyl palmitate, isocetyl stearate and octyldodecyl oleate or other ester oil; the glycerine trioctanoate and glyceryl triisostearate or other triglyceride oil; isostearic acid, oleic acid, hexanoic acid and heptanoic acid or other higher aliphatic acid oil; the isostearyl alcohol and oleyl alcohol or other higher alcohol oil etc. Even when using with alone, mixing 2 kinds or more, it is possible to use these.

[0036] Regarding to this invention, uniform composition of paste is acquired the above-mentioned silicone polymer, with above-mentioned liquid oil of its polymer per 100 parts by weight 10 to 1,000 parts by weight and the preferably 20 to 500 parts by weight by kneading doing under shear force. When in this case, liquid oil which is used is under 10 parts by weight, not to become paste, in addition, when it exceeds 1,000 parts by weight, because it is not possible to acquire sufficient viscosity increasing property, it does not become good paste.

【0037】せん断力下での混練処理は、外観が滑らかなペースト状の組成物を得る上で不可欠である。せん断力が加わらないか不十分であると、シリコン重合体の液状油による膨潤が不十分となり両成分が混和せず存在するため、得られる組成物は不均一となり、組成物中に膨潤不十分なシリコン重合体が残留することとなるために感触及び外観共に滑らかさのない組成物となる。せん断力下で行う混練処理は、例えば、三本ロールミル、二本ロールミル、サンドグラインダー、コロイドミル、ガウリンホモジナイザー等で行うことができるが、特に三本ロールミルによる方法が好ましい。

【0038】液状油に対して良好な膨潤性を有するシリコン重合体は、液状油とともに、せん断力下で混練処理することにより、ペースト状の均一な組成物を得ることができ、得られたペースト状オイル組成物は液状油と比重差のある粉体や顔料などを沈降させずに安定に分散することができる上、界面活性剤を使用することなく、容易に水をも分散することが可能であるので、医薬品や化粧品（医薬部外品を含む）等の配合基剤として使用することができる。

【0039】該ペースト状オイル組成物を化粧品に配合する場合、その配合量は特に限定されないが、好ましくは0.01～90重量%、更に好ましくは0.1～60%である。本発明においては、上記一般の液状油でペースト状オイル組成物を作り得るため、化粧品に応用する場合に、例えばシリコン油を使用したときのように感触、官能等の自由度が制限されることがなく、その幅が広がり、処方展開を進め易い。

【0040】合成例1. 反応器中に、下記平均組成式（イ）で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン（323重量部）と、下記平均組成式（ロ）で示されるポリオキシアルキレン（81重量部）及びエタノール120重量部を仕込み、これに塩化白金酸2重量%のエタノール溶液0.1重量部を加え、内温を70～80℃に維持して2時間攪拌した。減圧下で溶剤を留去し、弾力性のある重合物を得た。

【0041】

[0037] Kneading under shear force when obtaining composition of paste where the external appearance is smooth is essential. When shear force does not join or, it is insufficient, swelling due to the liquid state oil of silicone polymer becomes insufficient and both components without mixing because it exists, composition which is acquired becomes then nonuniform, both feel and external appearance becomes composition which does not have smoothness because it means with that swelling insufficient silicone polymer remains in the composition. To do with for example triple roll mill, dual roll mill, sand grinder, colloid mill and Gaulin homogenizer etc it is possible kneading which is done under shear force, but the method due to especially triple roll mill is desirable.

[0038] Possesses good swellable vis-a-vis liquid state oil as for silicone polymer which, With liquid state oil, It is possible, to disperse also water easily without using the surfactant, you can use by doing kneading under shear force, be able to acquire uniform composition of paste, because as for paste oil composition which is acquired settling without doing powder and pigment etc which have liquid state oil and density difference, in addition to dispersing to stability, as drug and cosmetic (quasidrug is included.) or other blend base.

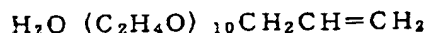
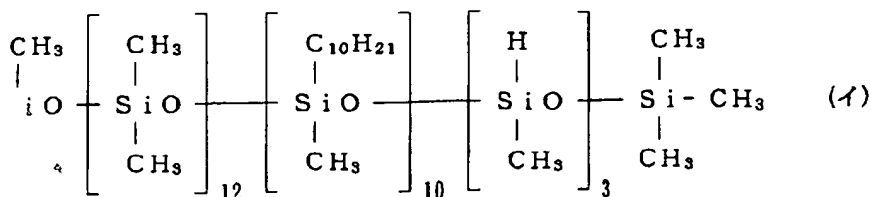
[0039] When said paste oil composition is combined to cosmetic, blended amount especially is not limited, but preferably 0.01 to 90 wt%, furthermore it is a preferably 0.1 to 60%. Regarding to this invention, in order to be possible to make paste oil composition with the above-mentioned general liquid state oil, when when it applies to cosmetic, using for example silicone oil, way there are not times when feel and the physical sensation or other degrees of freedom are restricted, width is easy to advance spreading and formulation development.

[0040] Synthesis example 1. In reactor, organo hydrogen poly siloxane (323 parts by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp1). polyoxyalkylene (81 part by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp2). and ethanol 120 parts by weight. You inserted, in this you maintained internal temperature in 70 to 80 °C including ethanol solution 0.1 parts by weight of chloroplatinic acid 2 wt%, 2 hours agitated. solvent was removed under vacuum, polymer which has elasticity was acquired.

[0041]

【化5】

[Chemical Formula 5]



(ロ)

【0042】合成例2. 反応器中に、下記平均組成式(ハ)で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン(350重量部)と、下記平均組成式(ロ)で示されるポリオキシアルキレン(81重量部)及びエタノール120重量部を仕込み、これに塩化白金酸2重量%のエタノール溶液0.1重量部を加え、内温を70~80℃に維持して2時間攪拌した。減圧下で溶剤を留去し、弾力性のある重合物を得た。

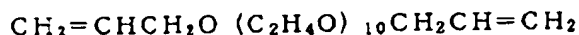
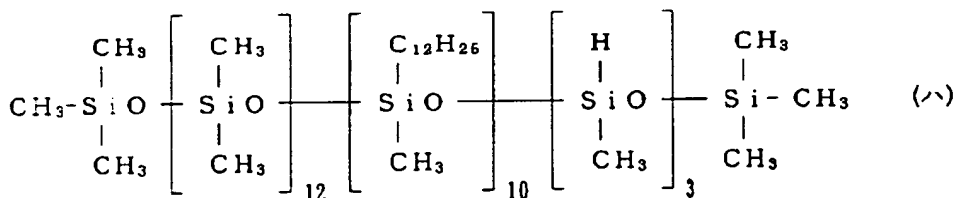
[0042] Synthesis example 2. In reactor, organo hydrogen polysiloxane (350 parts by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp3), polyoxyalkylene (81 part by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp2), and ethanol 120 parts by weight, inserted, in this you maintained internal temperature in 70 to 80 °C including ethanol solution 0.1 parts by weight of chloroplatinic acid 2 wt%, 2 hours agitated. solvent was removed under vacuum, polymer which has elasticity was acquired.

【0043】

[0043]

【化6】

[Chemical Formula 6]



(ロ)

【0044】合成例3. 反応器中に、下記平均組成式(ニ)で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン(407重量部)と、下記平均組成式(ロ)で示されるポリオキシアルキレン(81重量部)及びエタノール120重量部を仕込み、これに塩化白金酸2重量%のエタノール溶液0.1重量部を加え、内温を70~80℃に維持して2時間攪拌した。減圧下で溶剤を留去し、弾力性のある重合物を得た。

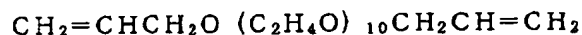
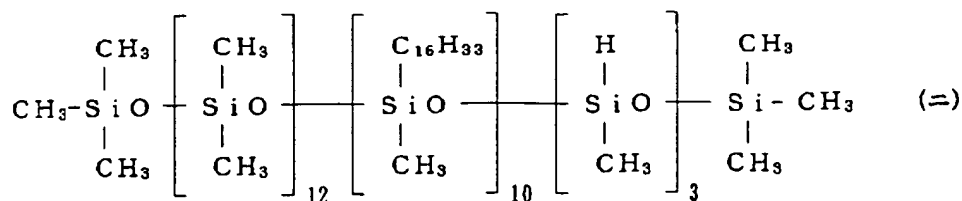
[0044] Synthesis example 3. In reactor, organo hydrogen polysiloxane (407 parts by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp4), polyoxyalkylene (81 part by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp2), and ethanol 120 parts by weight, inserted, in this you maintained internal temperature in 70 to 80 °C including ethanol solution 0.1 parts by weight of chloroplatinic acid 2 wt%, 2 hours agitated. solvent was removed under vacuum, polymer which has elasticity was acquired.

【0045】

[0045]

【化7】

[Chemical Formula 7]



(ロ)

【0046】合成例4. 反応器中に、下記平均組成式(ホ)で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン(119.4重量部)と、下記平均組成式(ロ)で示されるポリオキシアルキレン(8.1重量部)及びエタノール120重量部を仕込み、これに塩化白金酸2重量%のエタノール溶液0.1重量部を加え、内温を70~80℃に維持して2時間撹拌した。減圧下で溶剤を留去し、弾力性のある重合物を得た。

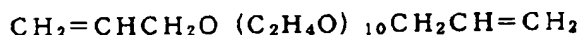
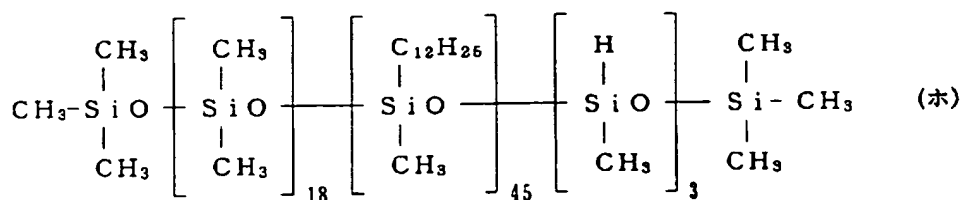
[0046] Synthesis example 4. In reactor, organo hydrogen polysiloxane (119.4 parts by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp5), polyoxyalkylene (8.1 part by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp2), and ethanol 120 parts by weight, inserted, in this you maintained internal temperature in 70 to 80 °C including ethanol solution 0.1 parts by weight of chloroplatinic acid 2 wt%, 2 hours agitated. solvent was removed under vacuum, polymer which has elasticity was acquired.

【0047】

[0047]

【化8】

[Chemical Formula 8]



(ロ)

【0048】合成例5. 反応器中に、下記平均組成式(ヘ)で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン(40.1重量部)と、下記平均組成式(ロ)で示されるポリオキシアルキレン(8.1重量部)及びエタノール120重量部を仕込み、これに塩化白金酸2重量%のエタノール溶液0.1重量部を加え、内温を70~80℃に維持して2時間撹拌した。減圧下で溶剤を留去し、弾力性のある重合物を得た。

[0048] Synthesis example 5. In reactor, organo hydrogen polysiloxane (40.1 part by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp6), polyoxyalkylene (8.1 part by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp2), and ethanol 120 parts by weight, inserted, in this you maintained internal temperature in 70 to 80 °C including ethanol solution 0.1 parts by weight of chloroplatinic acid 2 wt%, 2 hours agitated. solvent was removed under vacuum, polymer which has elasticity was acquired.

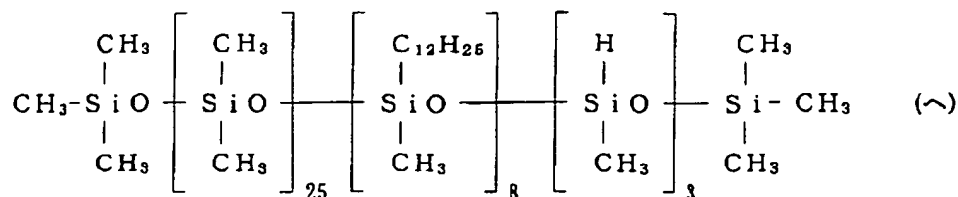
【0049】

[0049]



【化9】

[Chemical Formula 9]



(ロ)

【0050】合成例6. 反応器中に、下記平均組成式(ト)で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン(170重量部)と、下記平均組成式(チ)で示されるポリオキシアルキレン(80重量部)及びエタノール70重量部を仕込み、これに塩化白金酸2重量%のエタノール溶液0.1重量部を加え、内温を70~80℃に維持して2時間攪拌した。減圧下で溶剤を留去し、弾力性のある重合物を得た。

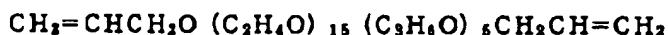
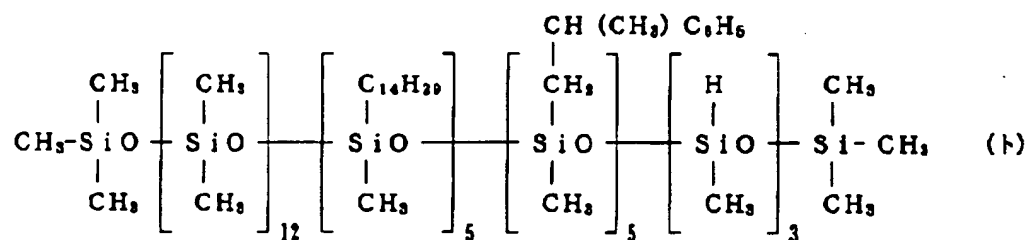
[0050] Synthesis example 6. In reactor, organo hydrogen polysiloxane (170 parts by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp7), polyoxyalkylene (80 parts by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp8), and ethanol 70 parts by weight, inserted, in this you maintained internal temperature in 70 to 80 °C including ethanol solution 0.1 parts by weight of chloroplatinic acid 2 wt%, 2 hours agitated. solvent was removed under vacuum, polymer which has elasticity was acquired.

【0051】

[0051]

【化10】

[Chemical Formula 10]



(チ)

【0052】合成例7. 反応器中に、下記平均組成式(リ)で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン(239重量部)と、下記平均組成式(ヌ)で示されるポリオキシアルキレン(39重量部)及びエタノール100重量部を仕込み、これに塩化白金酸2重量%のエタノール溶液0.1重量部を加え、内温を70~80℃に維持して2時間攪拌した。減圧下で溶剤を留去し、弾力性のある重合物を得た。

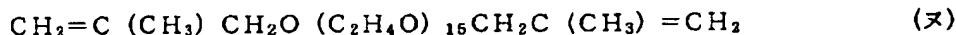
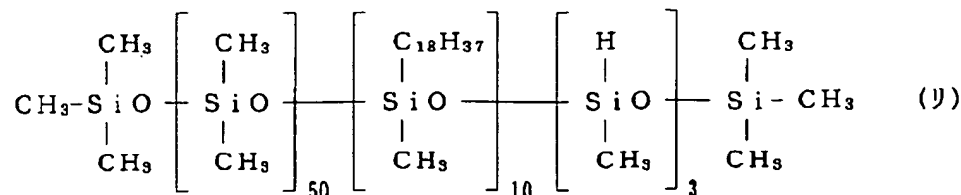
[0052] Synthesis example 7. In reactor, organo hydrogen polysiloxane (239 parts by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp9), polyoxyalkylene (39 parts by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp10), and ethanol 100 parts by weight, inserted, in this you maintained internal temperature in 70 to 80 °C including ethanol solution 0.1 parts by weight of chloroplatinic acid 2 wt%, 2 hours agitated. solvent was removed under vacuum, polymer which has elasticity was acquired.

【0053】

[0053]

【化11】

[Chemical Formula 11]



【0054】合成例8. 反応器中に、下記平均組成式(ル)で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン(234.0重量部)と、下記平均組成式(ロ)で示されるポリオキシアルキレン(80.7重量部)及びエタノール120重量部を仕込み、これに塩化白金酸2重量%のエタノール溶液0.1重量部を加え、内温を70~80℃に維持して2時間攪拌した。減圧下で溶剤を留去し、弾力性のある粒状の重合物を得た。

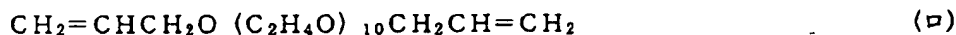
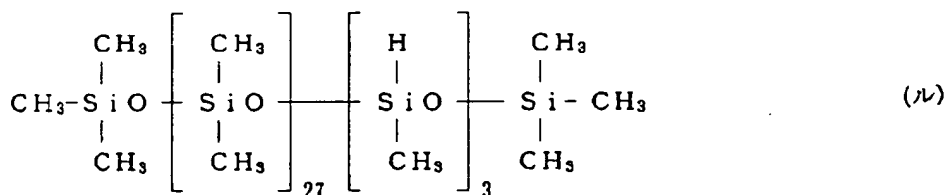
[0054] Synthesis example 8. In reactor, organo hydrogen polysiloxane (234.0 parts by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp11), polyoxyalkylene (80.7 parts by weight) which is shown with below-mentioned average composition formula (jp2), and ethanol 120 parts by weight, inserted, in this you maintained internal temperature in 70 to 80 °C including ethanol solution 0.1 parts by weight of chloroplatinic acid 2 wt%, 2 hours agitated. solvent was removed under vacuum, polymer of particulate which has elasticity was acquired.

【0055】

[0055]

【化12】

[Chemical Formula 12]



【0056】

[0056]

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらにより限定されるものではない。

[Working Example(s)] Listing Working Example below, you explain this invention in detail, but the this invention is not something which is limited with these.

【0057】実施例1. ペースト状オイル組成物

[0057] Working Example 1. paste oil composition

合成例1~5で得られたシリコン重合物を、以下の液状油剤、すなわちスクワラン、イソオクタン酸セチル、トリオクタン酸グリセリルとそれぞれ20%濃度になるよう混合し、3本ローラーを用いて混練したところ、チキソトロピー性を持つペースト状オイル組成物が得られた。それらの測定した粘度(cps)の結果を表1に示す。

Way liquid state oil, namely squalane, cetyl isooctanoate and glycerine trioctanoate below respectively it becomes 20% concentration, to mix, when it kneaded making use of 3-roll mill, paste oil composition which has thixotropy acquired silicone polymer which is acquired with synthesis example 1 to 5. Result of viscosity (cps) which those measured is shown in Table 1.

【0058】

[0058]

【表1】

[Table 1]

粘 度 (c p s)	スクワラン	イソオクタン酸 セチル	トリオクタン酸 グリセリル
合成例 1	800	8,500	20,000
合成例 2	2,200	9,000	10,000
合成例 3	5,000	16,000	3,000
合成例 4	16,000	26,000	3,500
合成例 5	700	6,500	11,000

【0059】以上の結果より、長鎖アルキル基の長さを変化させたり（合成例1～3）、ジメチルシリコン単位と長鎖アルキル基単位の比率を変える（合成例1、4、5）ことにより、また、一般油剤の種類を選ぶことにより、得られるペースト状オイル組成物の粘度に差があり、使用する油剤と望ましい粘度を定めることにより、求める重合物の組成設計が可能であることがわかる。また、これらのペースト状オイル組成物に、水を添加し攪拌するだけで、容易に水を分散することができ、均一な安定性に優れたクリーム状組成物を得ることができた。これらは、界面活性剤などを使用する必要もなく、安全性にも優れたものである。

[0059] From result above, length of long chain alkyl group there is a difference in viscosity of the paste oil composition which is acquired by changing and/or ( synthesis example 1 to 3), by ( synthesis example 1, 4 and 5) thing which changes ratio of dimethyl silicone unit and long chain alkyl group unit, in addition, it chooses types of general oil, that it understands composition design of polymer which is sought oil which is used by deciding desirable viscosity, is possible. In addition, it adds water to these paste oil composition and, just agitates, it to be possible fact that water is dispersed easily, cream composition which is superior in uniform stability could be acquired. These are something which is superior even in safety necessity to use surfactant etc without.

【0060】

[0060]

実施例2. W/Oクリーム

Working Example 2. W/O cream

(処方)  
(重量部)

(Formulation) ( parts by weight )

(1) 合成例1のシリコン重合物  
5

(1) Silicone polymer of synthesis example 1. 5

(2) トリオクタン酸グリセリル  
30

(2) Glycerine trioctanoate 30

(3) イソオクタン酸セチル  
10

(3) Cetyl isooctanoate 10

(4) 1, 3-ブチレングリコール  
20

(4) 1,3 -butylene glycol 20

(5) 精製水  
残量

(5) Purified water remaining amount

(6) 防腐剤  
適量

(6) Antiseptic suitable amount

(7) 香料

(7) Fragrance suitable amount

## 適量

## 【0061】(製法)

A. 成分(1)～(3)を混合した後、3本ロールミルにて十分混練し、膨潤させてペースト状オイル組成物を得た。

B. 成分(4)～(6)を混合し、溶解した。

C. AにBを攪拌しながら添加して乳化物を得、さらに成分(7)を加えて製品を得た。

以上の如くして得られたW/Oクリームは、のびがよく、しっとりし、使用後も潤いの残る良好な使用感と使用性を有し、更に安定性にも優れたクリームであった。

## 【0062】

## 実施例3 ファンデーション

(処方)  
(重量部)

(1) 合成例6のシリコーン重合物  
2

(2) トリオクタン酸グリセリル  
10

(3) トリイソステアリン酸ジグリセリル  
6

(4) スクワラン  
10

(5) メチルフェニルポリシロキサン  
10

(6) 酸化チタン  
23

(7) マイカ  
14

(8) 顔料  
5

(9) 精製水  
残量

## 【0063】(製法)

A. 成分(1)～(2)を混合した後、3本ロールミルにて十分混練し、膨潤させてペースト状オイル組成物を得、成分(3)～(5)を加えて油系とした。B. 成分(6)～(8)

## [0061] (production method)

A. After mixing component (1) to (3), fully kneading with 3-roll mill, swelling doing, it acquired paste oil composition.

B. It mixed component (4) to (6), melted.

C. While agitating B in A, adding, you obtained the emulsion, you acquired product furthermore including component (7).

As though it is above, doing, extension was good, moist did the W/O cream which it acquires, after using possessed good feel in use and these property where moisture remains, furthermore it was a cream which is superior even in stability.

## [0062]

## Working Example 3 foundation

(Formulation) (parts by weight)

(1) Silicone polymer of synthesis example 6. 2

(2) Glycerine trioctanoate 10

(3) Glyceryl tristearate 6

(4) Squalane 10

(5) Methylphenyl polysiloxane 10

(6) Titanium dioxide 23

(7) Mica 14

(8) Pigment 5

(9) Purified water remaining amount

## [0063] (production method)

A. After mixing component (1) to (2), fully kneading with 3-roll mill, swelling doing, you obtained paste oil composition, you made oil-based including component (3) to (5). B. It

)を混合、粉碎して均一にした。

C. AにBを添加して3本ロールミルで混練した後、この混合物を攪拌しながら、更に成分(9)を加え、容器に充填し、得た。

して得られたファンデーションは、べたつきがなく、感じがしっとりし、均一な化粧膜が得られて、優れた良好な使用感と使用性を持つファンデーションを得た。

#### 例4. W/Oクリーム

(処方)

(重量部)

(1) 合成例8のシリコン重合体  
5

(2) トリオクタン酸グリセリル  
35

(3) イソオクタン酸セチル  
5

(4) 1,3-ブチレングリコール  
20

(5) 精製水  
残量

(6) 防腐剤  
適量

(7) 香料  
適量

#### [0065] (製法)

A. 成分(1)～(3)を混合した後、3本ロールミルにて十分混練し、膨潤させてペースト状オイル組成物を得た。

B. 成分(4)～(6)を混合し、溶解した。

C. AにBを攪拌しながら添加して乳化物を得、さらに成分(7)を加えて製品を得た。

以上の如くして得られたW/Oクリームは、のびがよく、しっとりし、使用後も潤いの残る良好な使用感と使用性を有し、更に安定性にも優れたクリームであった。

#### [0066]

mixed component (6) to (8), pulverized and made uniform

C. Adding B to A, after kneading with 3-roll mill, while agitating this kneaded substance, being filled in container furthermore including the component (9), it acquired product.

As though it is above, doing, foundation which it acquires is not a tackiness, feeling which is used does moist, uniform cosmetic film is acquired, it was a foundation which has good feel in use and use property where the cosmetic holding is superior.

#### [0064]

#### Working Example 4. W/O cream

(Formulation)

( parts by weight )

(1) Silicone polymer of synthesis example 8. 5

(2) Glycerine trioctanoate 35

(3) Cetyl isooctanoate 5

(4) 1,3 -butylene glycol 20

(5) Purified water remaining amount

(6) Antiseptic suitable amount

(7) Fragrance suitable amount

#### [0065] ( production method )

A. After mixing component (1) to (3), fully kneading with 3-roll mill, swelling doing, it acquired paste oil composition.

B. It mixed component (4) to (6), melted.

C. While agitating B in A, adding, you obtained the emulsion, you acquired product furthermore including component (7).

As though it is above, doing, extension was good, moist did the W/O cream which it acquires, after using possessed good feel in use and these property where moisture remains, furthermore it was a cream which is superior even in stability.

#### [0066]

【発明の効果】本発明で使用するシリコン重合体は、液状油に対して良好な膨潤性を有し、液状油とともに、せん断力下で混練処理をすることにより、ペースト状の均一な組成物を得ることができる。そして、本発明のペースト状オイル組成物は、チキソトロピー性を有し、更に液状油と比重差のある粉体や顔料などを沈降させずに安定に分散することができる上、界面活性剤を使用することなく容易に水を安定にかつ均一に分散することが可能であるので、医薬品や化粧品（医薬部外品を含む）等の配合基剤として極めて有用である。また本発明のペースト状オイル組成物を含有した化粧品は、使用性も良く、保存安定性にも優れた特性を示す。また本発明では、上記一般の液状油でペースト状オイル組成物を作り得るため、化粧品に应用する場合に、例えばシリコン油を使用したときのように感触、官能等の自由度が制限されることがなく、その幅が広がり、処方展開を進め易い。

[Effects of the Invention] Silicone polymer which is used with this invention has good swellable vis-a-vis the liquid state oil, can acquire uniform composition of paste with liquid state oil, by doing the kneading under shear force. And, paste oil composition of this invention, to possess thixotropy, furthermore the powder and pigment etc which have liquid state oil and density difference settling without doing, in addition to dispersing to stability, because easily the water and it is possible in stability without using surfactant, to disperse to uniform, quite it is useful as drug and cosmetic (quasidrug is included.) or other blend base. In addition characteristic to which cosmetic which contains paste oil composition of the this invention use property is good, is superior even in storage stability is shown. In addition with this invention, in order to be possible to make paste oil composition with above-mentioned general liquid state oil, when when it applies to the cosmetic, using for example silicone oil, way there are not times when feel and the physical sensation or other degrees of freedom are restricted, width is easy to advance spreading and formulation development.